

# Ag 和 Ti 底层对 $[Fe/Pt]_n$ 多层膜有序化的影响<sup>\*</sup>

冯 春<sup>1)</sup> 李宝河<sup>1)2)</sup> 滕 蛟<sup>1)</sup> 杨 涛<sup>1)</sup> 于广华<sup>1)†</sup>

<sup>1)</sup> 北京科技大学材料物理系, 北京 100083)

<sup>2)</sup> 北京工商大学数理部, 北京 100037)

(2005 年 1 月 14 日收到, 2005 年 3 月 1 日收到修改稿)

利用磁控溅射的方法, 在热玻璃基片上制备了以 Ag, Ti, Cu, Cr, Pt 和 Ta 为底层的  $[Fe/Pt]_n$  多层膜, 后经不同温度真空热处理, 得到  $L1_0$  有序结构的 FePt 薄膜 ( $L1_0$ -FePt). 实验结果表明, 以 Ag 和 Ti 为底层, 通过采用基片加热, 同时利用  $[Fe/Pt]_n$  多层膜结构, 可以促进 FePt 薄膜的有序化过程, 使 FePt- $L1_0$  有序化温度从 500°C 降低到 350°C. 在较高的温度下退火, 以 Ag 为底层对薄膜的磁性能影响较小, 而以 Ti 为底层在高于 500°C 退火后, 矫顽力明显下降. 在 400°C 退火 20min 后, 以 Ag 和 Ti 为底层的样品平行膜面的矫顽力分别达到 597kA/m 和 645kA/m, 剩磁比分别达到 0.81 和 0.94, 为将来 FePt- $L1_0$  有序相合金薄膜用于未来超高密度磁记录介质打下基础.

关键词:  $L1_0$ -FePt 薄膜, 有序化温度, 底层, 多层膜结构

PACC: 7550S, 7570F

## 1. 引 言

近 10 年来磁硬盘技术得到了飞速发展, 目前实验室的硬盘磁记录面密度已达到  $23.23\text{Gb}/\text{cm}^2$ <sup>[1-3]</sup>, 超高密度磁记录的下一个目标是突破  $156\text{Gb}/\text{cm}^2$ . 要实现这么高的面密度, 记录介质中的磁性微粒尺寸必须降低到 5nm 以下, 且大小分布均匀. 当磁性颗粒如此小的情况下, 超顺磁效应使得热稳定性成为一个突出的问题, 因此必须提高记录介质材料的磁各向异性以提高其热稳定性.  $L1_0$ -FePt 合金具有高达  $7 \times 10^6\text{J}/\text{m}^3$  的单轴磁晶各向异性<sup>[4]</sup>, 同时它还具有矫顽力高、磁能级高和抗腐蚀能力强的特点, 能够满足超高密度磁记录对热稳定性的需要, 成为下一代磁记录介质的首选材料.

直接溅射得到的 FePt 合金为无序的面心立方结构 (fcc), 是一种软磁相, 必须通过较高温度 (高于 500°C)<sup>[5,6]</sup> 的退火才能形成有序四方结构 (fct) 的硬磁相. 过高温度退火不利于形成较小的 FePt 颗粒以提高磁记录密度, 而且对于工业生产也是极为不利的. 因此降低 FePt- $L1_0$  薄膜的有序化温度和改善其微结构及磁性能是急待解决的问题. 目前国际上降

低有序化温度的方法主要有利用多层膜结构或分子束外延 (MBE)<sup>[7,8]</sup>、掺加第三种元素 (如 Cu, Zr 等)<sup>[9,10]</sup>、利用不同的底层 (如 Ag, Au, CrRu 等)<sup>[11-13]</sup>. 其中 Xu 等人研究发现以 Ag 做底层可以降低 FePt 单层膜的有序化温度<sup>[13]</sup>, 但其退火时间过长、FePt 层较厚 (100nm) 不利于实现 FePt 颗粒的细化. Chen 等人研究发现以 Ti 为底层可以细化 FePt 颗粒<sup>[14]</sup>, 但为达到良好的磁性能, 基片温度过高 (600°C) 以及 FePt 层较厚 (300nm), 不利于工业生产和 FePt 颗粒的细化. 我们已经报道利用  $[Fe/Pt]_n$  多层膜可以大幅度降低 FePt 薄膜有序化的温度<sup>[15]</sup>, 为了更大幅度的降低 FePt 薄膜有序化的温度和改善 FePt 薄膜的微结构和表面性质, 本文研究了不同底层对  $[Fe/Pt]_n$  多层膜有序化和磁性能的影响.

## 2. 实 验

所有薄膜样品均利用 DV-502 型磁控溅射仪制备, 其本底真空度优于  $5 \times 10^{-5}\text{Pa}$ . 在玻璃基片上利用高纯 Ag 靶 (99.99%), Ti 靶 (99.99%), Ta 靶 (99.99%), Cu 靶 (99.99%), Cr 靶 (99.99%) 射频溅射底层, 然后用高纯的 Fe 靶 (99.99%)、Pt 靶

<sup>\*</sup> 教育部博士点基金 (批准号 2003008003) 和教育部科学技术研究重点项目 (批准号 :104023) 资助的课题.

<sup>†</sup> 通讯联系人. E-mail: ghyu@mater.ustb.edu.cn

(99.99%)直流交替溅射[Fe/Pt]<sub>3</sub>多层膜.基片温度控制在250℃,Ar气压恒定在0.45Pa,所有底层的厚度控制在50nm.[Fe/Pt]<sub>3</sub>多层膜中每层Fe和Pt的厚度控制在1.5nm.直接溅射的薄膜在真空度优于 $6 \times 10^{-5}$  Pa的真空退火炉中进行退火处理,退火温度选择350—550℃之间,退火时间控制在20min.

利用x射线衍射(XRD)分析样品的结构(Cu-K $\alpha$ ).利用MicroMag2900型梯度磁强计(AGM)测量样品的磁性,测量中施加的磁场方向平行于膜面,最大的磁场强度为1432kA/m.薄膜沉积速率由台阶仪测厚度来确定.

### 3. 结果与讨论

图1给出了以Ag为底层的[Fe/Pt]<sub>3</sub>多层膜经350℃、400℃、500℃、550℃退火20min后的XRD图.为定量描述FePt有序化程度,引用有序度参数 $S$ ,其定义为<sup>[16]</sup>

$$S^2 = \frac{1 - (c/a)}{1 - (c/a)_{s_f}} \quad (1)$$

$(c/a)_{s_f}$ 为完全有序的fcc结构的晶格参数之比,可以从文献[16]查到. $(c/a)$ 由各XRD图求得.如图1所示,以Ag为底层时,所有的XRD谱均出现了Ag(111)和Ag(200)峰,由于FePt沿Ag晶粒外延生长,退火后出现了较强的FePt(111)和FePt(200)峰.经350℃热处理,出现了FePt(001)超晶格衍射峰.随着退火温度的升高,FePt(001)峰的相对强度逐渐升高;当退火温度达到500℃时出现了FePt(200)和FePt(002)峰的分开,表明晶格参数 $a$ 和 $c$ 发生变化.退火温度进一步升高到550℃时,两峰分开的就更加明显了,表明 $c/a$ 的值进一步降低.利用公式(1)计算 $S$ ,表明随着退火温度的提高,样品的有序度参数由0.6变化到0.88,说明随退火温度的升高,FePt合金的有序度逐渐升高,同时这些结果也表明以Ag为底层和[Fe/Pt]<sub>3</sub>多层膜可以促进FePt薄膜的有序化.

图2显示了以Ti为底层时[Fe/Pt]<sub>3</sub>多层膜经不同温度退火20min后的XRD图.经350℃退火后XRD谱出现了FePt(001)超晶格峰,表明Ti为底层和[Fe/Pt]<sub>3</sub>多层膜结构同样促进了FePt的有序化过程;当退火温度达到400℃时,FePt(200)和FePt(002)峰有分开的迹象;但当退火温度达到550℃时,FePt(200)和FePt(002)峰又合并成一个峰,表明出现了

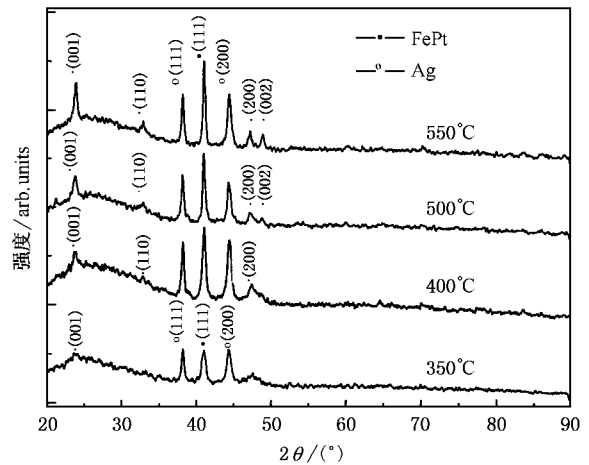


图1 Ag/[Fe/Pt]<sub>3</sub>多层膜在不同退火温度20min退火后的XRD图

结构的转变,可能在高温热处理时,底层Ti原子沿FePt晶内扩散<sup>[17]</sup>,影响了FePt-L1<sub>0</sub>有序相结构.这一现象与Ag为底层时的情况并不相同,由于Ag在FePt中的固溶度较小,高温退火时虽然会有Ag扩散到FePt薄膜中,形成L1<sub>0</sub>-FePt和Ag的复合双相,不会形成合金,对FePt的有序结构没有影响.

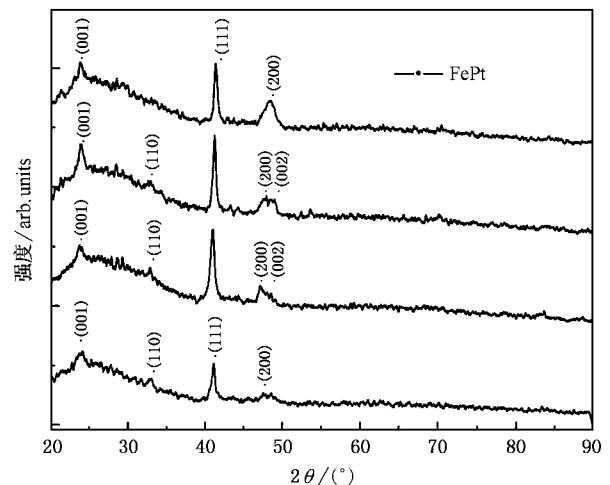
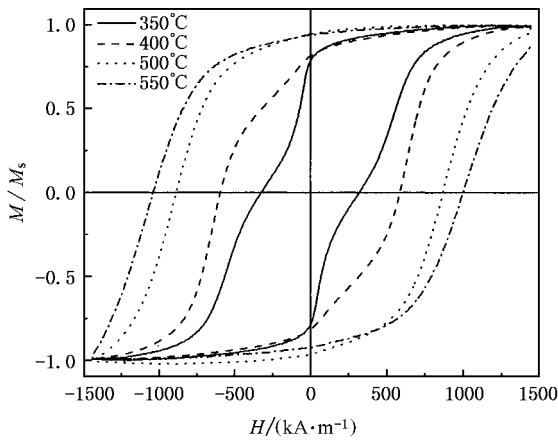


图2 Ti/[Fe/Pt]<sub>3</sub>多层膜在不同退火温度20min退火后的XRD图

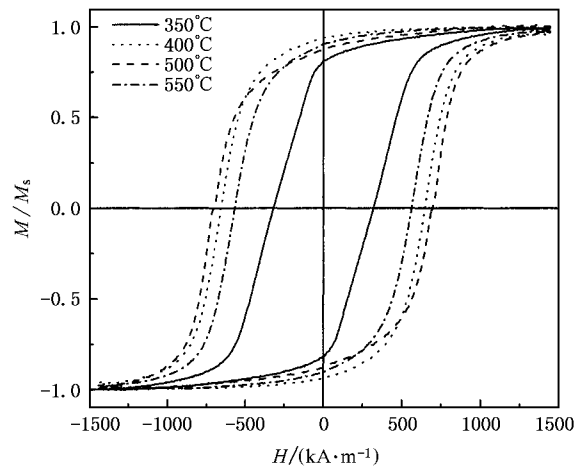
图3是Ag/[Fe/Pt]<sub>3</sub>经不同退火温度(350℃、400℃、500℃、550℃)退火20min后的磁滞回线,所加外场方向平行于膜面.横坐标为外加磁场( $H$ ),纵坐标为磁化强度 $M$ 与饱和磁化强度 $M_s$ 之比.由图示出,以Ag为底层在退火温度为350℃时,平行膜面方向的磁滞回线出现了峰腰,并且矫顽力和剩磁比 $M_r/M_s$ 均较低,原因是由于在350℃下退火20min,薄膜已经有部分发生无序-有序的转变,此时同时存

图 3 Ag/[Fe/Pt]<sub>3</sub>在不同退火温度 20min 退火后的磁滞回线

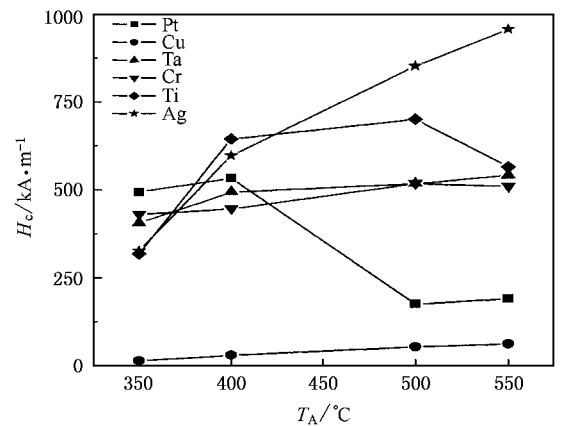
在软磁相和硬磁相,磁滞回线出现了峰腰.随着退火温度的升高,有序度逐渐增高,越来越多的软磁相转化成硬磁相,矫顽力和剩磁比逐渐增大.这一点与图 1 中的结论一致.退火温度达到 400°C 时,矫顽力已达到 597kA/m,剩磁比为 0.81;当退火温度为 550°C 时,矫顽力达到极值 955kA/m,剩磁比为 0.94,矫顽力值比 Xu 等<sup>[13]</sup>报告的结果(750kA/m)有明显改善.

图 4 是 Ti/[Fe/Pt]<sub>3</sub> 经不同退火温度(350°C, 400°C, 500°C, 550°C)退火 20min 后的磁滞回线.由图 4 示出,以 Ti 为底层,在退火温度为 350°C 时,矫顽力达到 318kA/m,与 Ag 为底层不同,磁滞回线没有出现明显的峰腰.随着退火温度的升高,在相同的时间内有更多部分的软磁相转化为硬磁相,矫顽力和剩磁比逐渐增大.退火温度达到 400°C 时,矫顽力已达到 645kA/m,剩磁比为 0.94;在 500°C 退火 20min 后,矫顽力达到 700kA/m,剩磁比为 0.94.但当退火温度高于 500°C,由于 Ti 扩散到 FePt 晶格中与 FePt 形成合金,破坏了 L<sub>10</sub>-FePt 有序结构,使得矫顽力和剩磁比下降,这一点与图 2 中的结论一致.

为了进一步了解其他底层对 Fe/Pt 多层膜有序化和磁性的影响,我们在相同的溅射条件下制备了 Cr, Cu, Pt 和 Ta 为底层的 [Fe/Pt]<sub>3</sub> 多层膜,然后均经 350°C, 400°C, 500°C, 550°C 四个不同温度真空退火 20min.图 5 给出了不同底层样品的矫顽力  $H_c$  随热处理温度  $T_A$  的变化关系.实验表明,以 Cu 为底层的样品矫顽力较低(小于 80kA/m),未形成有序化较好的 FePt 薄膜;以 Pt 为底层的样品矫顽力在高于 400°C 热处理时就开始大幅度下降,说明 FePt 薄膜的有序化降低;以 Ta, Cr 为底层的样品矫顽力不高,

图 4 Ti/[Fe/Pt]<sub>3</sub>在不同退火温度 20min 退火后的磁滞回线

且随退火温度的变化不大.比较来看,在 400°C 热处理时,以 Ti 为底层的样品可获得最大的矫顽力,而在 550°C 热处理时,以 Ag 为底层可获得最大的矫顽力.其他不同底层的样品磁性能较低或在较低的温度下就出现了矫顽力的下降,具体原因以及底层对表面形貌和微结构的影响我们还正在进行深入的研究.

图 5 不同底层样品的矫顽力  $H_c$  随热处理温度的变化关系

## 4. 结 论

实验结果表明以 Ag 和 Ti 为底层,利用 [Fe/Pt]<sub>3</sub> 多层膜结构,均可以促进 FePt 薄膜有序化过程,使 FePt 薄膜的有序化温度至少降低了 150°C.但 Ag 和 Ti 为底层对多层膜热处理后的磁性和结构的影响不同.在低于 400°C 退火后,以 Ag 为底层的样品磁滞回线出现峰腰,而 Ti 为底层没有出现这种现象;在高于 500°C 退火后,以 Ti 为底层的样品矫顽力下

降,而以 Ag 为底层的样品随着退火温度的升高,矫顽力一直增大, $L_{10}$  有序度也增加。

在 400°C 退火 20min 后,以 Ag 为底层的样品平行膜面的矫顽力已达到 597kA/m,剩磁比为 0.81,而

以 Ti 为底层的样品矫顽力已达到 645kA/m,剩磁比为 0.94,均实现了较低温度的有序化,为将来 FePt-L<sub>10</sub> 有序相合金薄膜用于未来超高密度磁记录介质打下基础。

- 
- [ 1 ] Mao S , Linville E , Nowak J *et al* 2004 *IEEE Tran . Magn .* **40** 307
- [ 2 ] Huang F , Li B H , Yang T *et al* 2005 *Acta Phys . Sin .* **54** 1841 ( in Chinese ) [ 黄 阔、李宝河、杨 涛等 2005 物理学报 **54** 1841 ]
- [ 3 ] Li B H , Huang F , Yang T *et al* 2005 *Acta Metal . Sin .* **54** 659 ( in Chinese ) [ 李宝河、黄 阔、杨 涛等 2005 金属学报 **54** 659 ]
- [ 4 ] Weller D 2000 *IEEE Tran . Magn .* **36** 10
- [ 5 ] Kuo C M , Kuo P C and Wu H C 1999 *J . App . Phys .* **85** 2264
- [ 6 ] Wang Y Z , Zhang M C , Qiao Y *et al* 2000 *Acta Phys . Sin .* **49** 1600 ( in Chinese ) [ 王亦忠、张茂才、乔 等 2000 物理学报 **49** 1600 ]
- [ 7 ] Endo Y , Kikuchi N , Kitakami O *et al* 2001 *J . App . Phys .* **89** 7065
- [ 8 ] Farrow R F C , Weller D , Marks R F *et al* 1998 *J . App . Phys .* **84** 934
- [ 9 ] Takahashi Y K , Ohuma M and Hono K 2002 *J . Magn . Mater .* **246** 259
- [ 10 ] Lee S R , Yang S and Keunkim Y 2001 *Appl . Phys . Lett .* **78** 4001
- [ 11 ] Seki T , Shima T and Takanashi K 2004 *J . Magn . Mater .* **272—276** 2182
- [ 12 ] Xu Y F , Chen J S and Wang J P 2002 *Appl . Phys . Lett .* **80** 3325
- [ 13 ] Xu X H , Wu H S , Wang F *et al* 2004 *Applied Surface Science .* **233** 1
- [ 14 ] Chen S C , Kuo P C , Kuo S T *et al* 2003 *Materials Science and Engineering . B* **98** 244
- [ 15 ] Li B H , Huang F , Yang T *et al* 2005 *Acta Phys . Sin .* **54** 1836 ( in Chinese ) [ 李宝河、黄 阔、杨 涛等 2005 物理学报 **54** 1836 ]
- [ 16 ] Endo Y , Kikuchi N , Kitakami O *et al* 2001 *J . App . Phys .* **89** ( 11 ) 7065
- [ 17 ] Cai C L , Teng J , Yu G H *et al* 2002 *Acta Phys . Sin* **51** 1846 ( in Chinese ) [ 柴春林、滕 蛟、于广华等 2002 物理学报 **51** 1846 ]

# Effect of Ag and Ti underlayer on the ordering in Fe/Pt multilayers<sup>\*</sup>

Feng Chun<sup>1)</sup> Li Bao-He<sup>1)2)</sup> Teng Jiao<sup>1)</sup> Yang Tao<sup>1)</sup> Yu Guang-Hua<sup>1)†</sup>

<sup>1)</sup>( Department of Material Physics and Chemistry , Beijing University of Science and Technology , Beijing 100083 , China )

<sup>2)</sup>( Department of Mathematics and Physics , Beijing Technology and Business University , Beijing 100037 , China )

( Received 14 January 2005 ; revised manuscript received 1 March 2005 )

## Abstract

The Fe/Pt multilayers with Ag , Ti , Cu , Cr , Pt and Ta underlayers were prepared by DC magnetron sputtering on the heated glass substrates . After vacuum annealing at different temperatures , the FePt thin films with L1<sub>0</sub> ordering phase ( L1<sub>0</sub>-FePt ) were obtained . Results showed that the Ag and Ti underlayer prompt the ordering of FePt thin films , and the ordering temperature of FePt- L1<sub>0</sub> phase is reduced by at least 150 °C . It is also worth noting that the annealing time is shorter and the magnetic performance is excellent . The magnetic performance of samples with Ag underlayer is not sensitive to temperature at relative higher annealing temperature , whereas the coercivity of samples with Ti underlayer decreases obviously when the annealing temperature is higher than 500 °C . After annealing at 400 °C for 20 min , the in-plane coercivity of samples with Ag and Ti underlayer can be as high as 597kA/m , and 654kA/m , respectively , and the ratio of remanent magnetization to saturation magnetization reaches 0.81 and 0.94 , respectively , implying the potential of the films as future magnetic recording media of ultrahigh density .

**Keywords :** L1<sub>0</sub>-FePt thin films , ordering temperature , underlayer , multilayer structure

**PACC :** 7550S , 7570F

<sup>\*</sup> Project supported in part by the Doctoral Foundation of the Ministry of Education ( Grant No. 2003008003 ) and the Major Program of the Science and Technology Foundation of the Ministry of Education ( Grant No. 104023 ) .

<sup>†</sup> Corresponding author . E-mail : ghyu@mater\_ustb.edu.cn